

Partial Translation of WO 01/72660 A1

Background Art

Metal halide with high luminous efficacy and excellent color rendering is sealed as a light emitting material into high intensity discharge lamps such as mercury lamps and high-pressure sodium lamps. However, since the metal halide is vaporized in light emitting tubes to have high pressure and strong corrosiveness, light emitting tubes, which are made of polycrystalline alumina with excellent pressure resistance and corrosion resistance, are widely used as light emitting tubes.

However, even so, a crystal particle boundary is easily attacked by a corrosive substance, and the smaller crystal particles are, the more particle boundary portions increases, i.e., there is such a case that corrosion resistance is deteriorated. On the one hand, as a strength member, the particle boundary becomes a kind of a joint portion, and therefore, the more the boundaries are, the stronger the strength is improved, i.e., the smaller the crystal particles are, the more it is advantageous. For this reason, the particles had to be reduced in size, in order to obtain strength, and the particles had to be enlarged in size, in order to obtain corrosion resistance.

In addition, in case of a light emitting tube formed by the above-mentioned polycrystalline alumina, a full ray transmittance is 95% and a liner transmittance of light is approximately 3%, and it is lower than a case in which a quartz glass is used (whole ray transmittance 10%), and therefore, post-processing for raising the transmittance is executed in such a manner that a surface of the light emitting tube is polished by mechanical polishing and chemical polishing after calcining so as to be smoothed, and thereby, the whole ray transmittance is increased to 98% and the linear transmittance is increased to 20%, for example.

The alumina, which forms the light emitting tube, forms a light emitting tube in a manner that alumina crystals with a normal average particle diameter of 20 to 30 μ m are connected with each other, and a surface has irregularity microscopically. For this reason, it was possible to increase the transmittance by polishing this surface. However, the suchlike polishing work has become a troublesome process, since it is a polishing work of a curved surface, and a light emitting tube itself is small.

WO01072660

Title:
No title available

Abstract:

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 10 月 4 日 (04.10.2001)

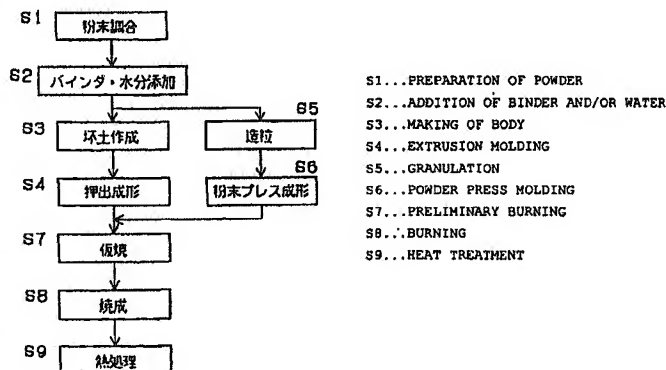
PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/72660 A1

- (51) 国際特許分類: C04B 35/10 (74) 代理人: 弁理士 石田喜樹, 外 (ISHIDA, Yoshiki et al.); 〒461-0004 愛知県名古屋市東区葵三丁目24番2号 第5オーシャンビル Aichi (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP00/01906
- (22) 国際出願日: 2000 年 3 月 28 日 (28.03.2000) (81) 指定国 (国内): JP.
- (25) 国際出願の言語: 日本語 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (71) 出願人: 日本碍子株式会社 (NGK INSULATORS, LTD.) [JP/JP]; 〒467-8530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 Aichi (JP).
- (72) 発明者: 倉品 満 (KURASHINA, Mitsuru), 浅井道生 (ASAI, Michio); 〒467-8530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP).

(54) Title: CORROSION-RESISTANT ALUMINA MEMBER AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME, AND LIGHT EMISSION TUBE FOR HIGH-LUMINANCE ELECTRIC-DISCHARGE LAMP

(54) 発明の名称: 耐蝕性アルミナ部材及びその製造方法と高輝度放電灯用発光管



(57) Abstract: A method for a corrosion-resistant alumina member exhibiting a good total transmittance and rectilinear transmittance of light, characterized as comprising providing an alumina powder preparation, making a body in S3 step, subjecting the body to an extrusion molding (S4) to give a molded product, burning (S8) the product in a hydrogen atmosphere after a preliminary burning (S7), and, subsequently to the main burning, subjecting the resulting product to a heat treatment (S9) at 1200 to 1800°C under vacuum for 0.5 to 10 hr. The method can be employed for providing such an alumina member without a polishing step such as mechanical or chemical polishing.

(57) 要約:

機械研磨やケミカル研磨等の研磨工程を要することなく光線透過率及び直線透過率が良好な耐蝕性アルミナ部材の製造方法である。アルミナ粉末を調合してS3で坏土を作成し、押出成形(S4)して成型品を得る。この成型品を仮焼(S7)後、水素雰囲気中で本焼成(S8)すると共に連続して真空雰囲気中で1200～1800℃を0.5～10時間保持する熱処理(S9)を行う。

WO 01/72660 A1

明 細 書

耐蝕性アルミナ部材及びその製造方法と高輝度放電灯用発光管

技術分野

本発明は、アルミナからなる耐蝕及び耐圧性部材及びその製造方法に関し、詳しくは高輝度放電灯に使用する発光管に関する。

背景技術

水銀灯や高圧ナトリウムランプ等の高輝度放電灯は、発光物質として発光効率が高く演色性に優れた金属ハロゲン化物が封入されている。しかし、金属ハロゲン化物は発光管内で気化して高圧になると共に強い腐蝕性を有するため、発光管には耐圧、耐蝕性に優れた多結晶アルミナから成る発光管が広く使用されている。

しかし、それでも結晶粒界は腐蝕性物質による攻撃を受けやすく、結晶粒子が小さいほど粒界部が多くなり、即ち耐蝕性が低下する場合は有る。一方、強度部材としては結晶粒界が一種の接合部となるため粒界が多いほど強度は向上し、即ち結晶粒子が小さいほど有利である。そのため、強度を得るためには粒子を小さくしなければならず、耐蝕性を得るためには粒子径を大としなければならなかった。

また、上記多結晶アルミナから成る発光管の場合、全光線透過率は95%、光の直線透過率は3%程度であり、石英ガラスを使用した場合（全光線透過率100%）に比べて低いため、透過率を上げる後処理が成され、焼成後に機械研磨やケミカル研磨により発光管表面を研磨して滑らかにすることで、全光線透過率を例えば98%に、また直線透過率を例えば20%としていた。

発光管を形成しているアルミナは、通常平均粒径が20～30 μ mのアルミナ結晶が相互に連結して発光管を形成しているもので、表面は微視的に凹凸を有している。そのため、この表面を研磨することで透過率を上げることが可能であっ

た。しかし、このような研磨作業は曲面の研磨作業であるし、発光管自体が小さいため、面倒な工程となっていた。

発明の開示

本発明は上記問題点に鑑み、耐蝕性に優れると同時に、耐圧性即ち強度にも優れた高耐蝕性、高強度部材を提供するものであり、また高耐蝕性、高強度部材を用いて機械研磨やケミカル研磨等の研磨工程を経ることなく光透過率の良好な多結晶アルミナ製の高輝度放電灯用発光管を提供するものである。

発光管の製造方法は、放電空間を形成する胴部、及び電極部が挿入される末端部を一体に形成したアルミナ製の高輝度放電灯用発光管の製造方法であって、アルミナ粉末を調合して坯土を作成する工程と、その坯土を成形、仮焼する工程と、水素雰囲気又は真空中で焼成する工程と、水素雰囲気又は真空雰囲気中で最高温度1200～1800℃で0.5～10時間熱処理を行う工程とを含むものである。

このように製造することで、発光管表面のアルミナ平均結晶粒径が大きくなり、粒界部分が減少することで、暴露部たる表面の耐蝕性が向上し、且つ散乱因子でもある粒界部分の減少により、機械研磨やケミカル研磨を必要とすることもなく全光線透過率を98%以上、直線透過率を5%以上とすることができる。一方、内部結晶粒径は粒成長することなく焼成時の状態を保持しているため、強度が低下することもない。これは、表面の平均結晶粒径が肉厚の中心線を含む部分の平均結晶粒径に比べて2～10倍とした構成のものが有利である。

従って、本発明の高輝度放電灯用発光管は、放電空間を形成する胴部、及び電極部が挿入される末端部を一体に形成した多結晶透光性アルミナから成る高輝度放電灯用発光管であって、発光管表面の平均結晶粒径が内部の平均結晶粒径に比べて2～10倍大きくした構成にある。

図面の簡単な説明

図1は、本発明に係る高輝度放電灯用発光管の製造方法を示すフローチャートである。

図2は、図1の焼成及び熱処理工程の温度プロファイルを示す。

図3(a)は、図1の製造方法により作成した高輝度放電灯用発光管の表層部断面の様子を示すモデル図であり、(b)は熱処理を実施しない場合のモデル図である。

1・・・表層部アルミナ結晶粒、2・・・内部アルミナ結晶粒。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明を具体化した実施の形態を、図面に基づいて説明する。図1は本発明に係る高輝度放電灯用発光管の製造方法を示すフローチャートであり、図1に基づいて製造方法を説明する。まずS1(ステップ1)で出発原料としてアルミナ粉末を調合する。調合は純度99.99%以上で平均粒径0.6 μ mのアルミナ粉末を助剤としてマグネシアを加えて調合し、S2でメチルセルロース、ポリエチレンオキサ이드等のバインダを添加すると共に、水を添加し混練する。混練後粘土調整して坏土を得る(S3)。そして、この坏土を押出成形して成形体を形成する。尚、粉末プレス成形により成形体を得ることもでき、その場合は混練後造粒し(S5)、S6で粉末プレス成形する。また、助剤はマグネシアに限定されることなく適宜選択可能である。

こうして得た成形体を仮焼(S7)し、水素又は真空雰囲気中で焼成(S8)し、最後にS9で、例えば1700℃で2時間加熱する熱処理を実施する。焼成及び熱処理は例えば図2に示す温度プロファイルに従い連続して行うことができ、焼成は1850℃を3時間維持し、熱処理は水素雰囲気中で行うのが好適であるが真空雰囲気中に行っても良い。

尚、熱処理は図2に示すが如く焼成からそのまま移行しても良いし、焼成とは全く異なる別工程、即ち焼成後に一旦降温した後に再び昇温して熱処理を行っても良い。また、焼成は1700～1900℃で2～5時間、また熱処理は1200～1800℃で0.5～10時間行うと良い。

上記工程により焼成そして熱処理を行ったアルミナ部材の断面モデルを図3(

a) に示す。図において、Sはアルミナ部材表面、図示下方が内部方向であり、1は表面部アルミナ結晶粒、2は内部アルミナ結晶粒を示し、表面部のアルミナの平均結晶粒径が内部のアルミナの平均結晶粒径に対して2～10倍大きいことを示している。尚、内部のアルミナ平均結晶粒径に比べて2～10倍大きい表面のアルミナ粒子は、部材の肉厚にもよるが、肉厚の1～10%程度存在していればよい。尚、図3(b)は熱処理を実施しない従来の多結晶アルミナ部材の断面モデルを示している。

このように、アルミナ部材表面のアルミナ平均結晶粒径が内部の平均結晶粒径に対し2～10倍大きいと、即ち表面のアルミナ平均結晶粒径は大であることから耐蝕性に優れたものとなり、内部のアルミナ平均結晶粒径は小であることから強度低下が少ない。故に、従来では実現が難しかった多結晶アルミナを用いた耐蝕性に優れ、且つ同時に耐圧性即ち強度にも優れた高耐蝕性、高強度部材が得られる。係る高耐蝕性高強度部材を例えば高輝度放電灯用発光管に用いれば、耐蝕性、耐圧性に優れるだけでなく表面粒径が大であるため、光の散乱の抑制が可能であり、全光線透過率を98%以上、直線透過率を5%以上とすることができる。そのため、従来透過率向上のために多結晶アルミナ製の発光管で行っていた機械研磨やケミカル研磨を行う必要がない。

尚、表面のアルミナ粒径を内部の粒径に対して2倍より小さくすると、表面のアルミナ粒径が小さすぎるため所望の耐蝕性が得られず、10倍より大きくすると粒径大の層にクラックが発生し易くなるため好ましくない。更に、表面と内部の粒径比が3～6倍であることより信頼性が増し好ましい。また、アルミナ部材を高輝度放電灯用発光管に用いた場合でも同様であり、表面と内部の粒径比が2～10倍であると好適であり、耐蝕性、耐圧性に優れるだけでなく、透光性にも優れた高輝度放電灯用発光管が得られる。

また、高輝度放電灯用発光管では、耐蝕性、耐圧性だけでなく透光性も要求されるが、繰り返しによる熱応力も加わるため、平均結晶粒径が大の層と小の層との界面にクラックが発生し易い。そのため、表面のアルミナ平均結晶粒径と内部

の平均結晶粒径の比は2～8倍とするのが好ましく、更には3～5倍あると信頼性が増し、より好ましい。

更に、表面の平均結晶粒径が内部の平均結晶粒径に比べて2～10倍大きいことを特徴とするアルミナ部材の製造方法は上記方法に限定されるものではなく、粒径の異なるアルミナ粉末を出発原料とし、ホットプレス等により製造することも可能で、その方法は適宜選択されるし、アルミナ部材の用途も高輝度放電灯用発光管に限定されるものではなく、耐蝕性と耐圧性、更には透光性の少なくとも一つの特性が要求される部位に使用可能で、例えば耐圧性と透光性に着目すれば高温処理装置窓部材等にも使用可能であり、適宜選択可能である。

このように本発明によれば、高耐蝕性、高強度アルミナ部材を得ることができ、また発光管表面のアルミナ平均結晶粒径を内部の平均結晶粒径より2～10倍の大きさにした発光管を容易に作成することで、機械研磨やケミカル研磨をすることなく全光線透過率を98%以上、直線透過率を5%以上とすることができる。

請 求 の 範 囲

1. アルミナ粉末を調合して坯土を作成する工程と、その坯土を成形、仮焼する工程と、水素又は真空雰囲気中で焼成する工程と、水素又は真空雰囲気中で1200～1800℃を0.5～10時間保持する熱処理を行う工程とを含むことを特徴とする耐蝕性アルミナ部材の製造方法。
2. 多結晶透光性アルミナから成る耐蝕性部材であって、表面の平均結晶粒径が肉厚の中心線を含む部分の平均結晶粒径に比べて2～10倍大きいことを特徴とする耐蝕性アルミナ部材。
3. 請求項2記載の耐蝕性アルミナ部材から成ることを特徴とする高輝度放電灯用発光管。

1 / 3

図 1

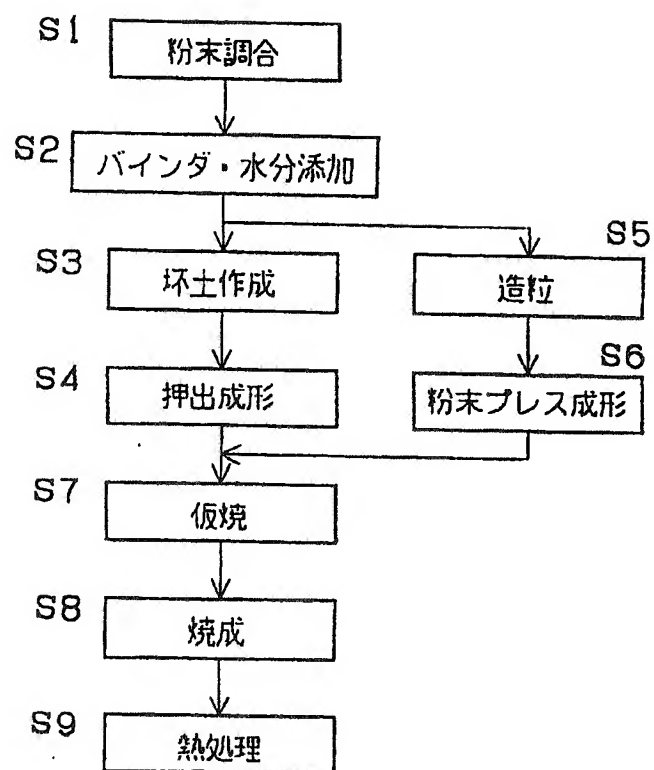


図 2

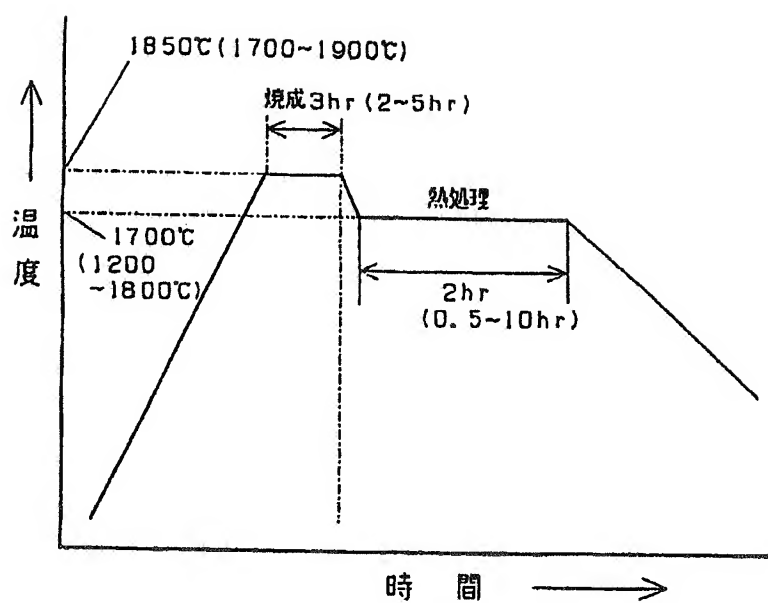
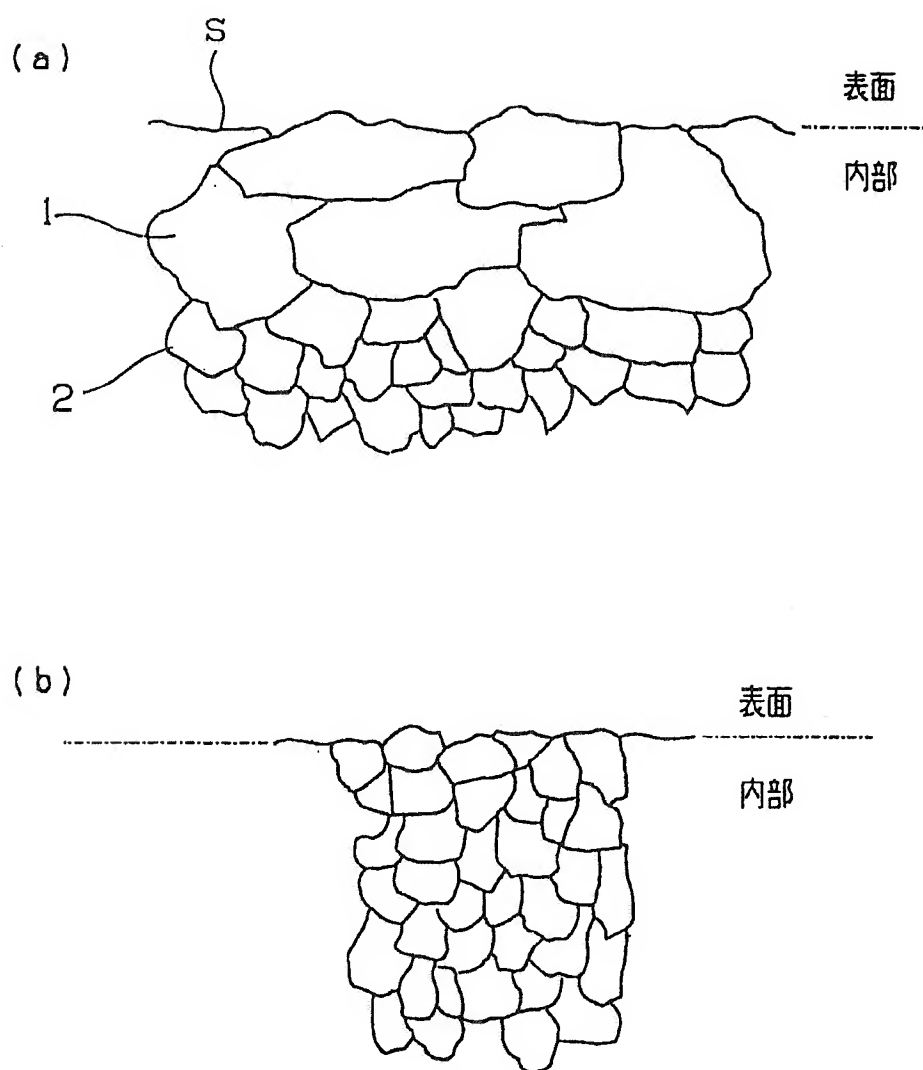


図 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/01906

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ C04B35/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ C04B35/10, C04B35/64

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2000	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP, 4-370643, A (Toto Ltd.), 24 December, 1992 (24.12.92), Par. Nos. [0022] to [0039] (Family: none)	1
Y	JP, 4-370649, A (Toto Ltd.), 24 December, 1992 (24.12.92), Par. Nos. [0022] to [0039] (Family: none)	1
A	US, 5780377, A (Toto Ltd.), 14 July, 1998 (14.07.98), column 1, lines 5 to 12; column 3, lines 13 to 24 & EP, 667322, A1 & WO, 95/06622, A1	1~3

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
 "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier document but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
26 June, 2000 (26.06.00)Date of mailing of the international search report
04 July, 2000 (04.07.00)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

Patent provided by Sughrue Mion, PLLC. <http://www.sughrue.com>

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ C04B35/10

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl¹ C04B35/10, C04B35/64

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2000年
 日本国登録実用新案公報 1994-2000年
 日本国実用新案登録公報 1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP, 4-370643, A (東陶機器株式会社) 24. 12月. 1992 (24. 12. 92), 【0022】 - 【0039】 (ファミリーなし)	1
Y	JP, 4-370649, A (東陶機器株式会社) 24. 12月. 1992 (24. 12. 92), 【0022】 - 【0039】 (ファミリーなし)	1
A	US, 5, 780, 377, A (Toto Ltd.) 14. 7月. 1998 (14. 07. 98), 第1欄, 第 5~12行, 第3欄, 第13~24行 & EP, 667322, A1 & WO, 95/06622, A1	1~3

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

26. 06. 00

国際調査報告の発送日

04.07.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

三崎 仁

4 T

8928

電話番号 03-3581-1101 内線 3463

様式PCT/ISA/210 (第2ページ) (1998年7月)